SNI 7119-7:2017

Standar Nasional Indonesia

Udara ambien – Bagian 7: Cara uji kadar sulfur dioksida (SO_2) dengan metoda pararosanilin menggunakan spektrofotometer

ICS 13.040.20

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Acuan normatif 1
3 Istilah dan definisi 1
4 Cara uji 2
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 9
Lampiran A Pelaporan 10
Lampiran B Contoh perhitungan verifikasi metode pengujian SO2 di udara ambien 11
Bibliografi 15

Gambar 1 – Botol penjerap *midget impinger* 5
Gambar 2 – Rangkaian peralatan pengambil contoh uji SO_2 selama 1 jam 6

Tabel B.1.1 – Kurva kalibrasi SO_2 11
Tabel B.1.2 – Perhitungan LoD dan LoQ 12
Tabel B.1.3 – Perhitungan *significance* F 12
Tabel B.1.4 – Perhitungan P-*value* 12
Tabel B.1.5 – Pengukuran larutan standar tengah 12
Tabel B.2.1 – Pengujian *limit of linearity* 13
Tabel B.3.1 – Penentuan reprodusibilitas pada larutan standar 100 µg/Nm^3 13
Tabel B.3.2 – Penentuan reprodusibilitas pada larutan standar 500 µg/Nm^3 14
Tabel B.3.3 – Penentuan reprodusibilitas pada larutan standar 700 µg/Nm^3 14

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 7119-7:2017 dengan judul *Udara ambien – Bagian 7: Cara uji kadar sulfur dioksida* (SO_2) *dengan metode pararosanilin menggunakan spektrofotometer*, merupakan revisi dari SNI 19-7119.7-2005.

Standar ini dirumuskan dalam rangka menyeragamkan teknik pengujian kualitas udara ambien. SNI ini dapat diterapkan untuk teknik pengujian parameter nitrogen dioksida sebagaimana tercantum dalam peraturan kualitas udara ambien.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 13-03 *Kualitas Lingkungan*. Standar ini telah dibahas dan disetujui dalam rapat konsensus nasional di Jakarta, pada tanggal 20 September 2016. Konsensus ini dihadiri oleh para pemangku kepentingan (stakeholder) terkait, yaitu: perwakilan dari produsen, konsumen, pakar, dan pemerintah.

Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 30 Januari 2017 sampai dengan 30 Maret 2017, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Udara ambien – Bagian 7: Cara uji kadar sulfur dioksida (SO_2) dengan metode pararosanilin menggunakan spektrofotometer

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan sulfur dioksida (SO2) di udara ambien dengan metode pararosanilin menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 550 nm dengan kisaran konsentrasi 25 µg/Nm^3 sampai dengan 1.000 µg/Nm^3 atau 0,01 ppm sampai 0,4 ppm.

2 Acuan normatif

SNI 19-7119.6, *Udara ambien – Bagian 6: Penentuan lokasi pengambilan contoh uji pemantauan kualitas udara ambien*

3 Istilah dan definisi

Untuk keperluan penggunaan Standar ini, berlaku istilah dan definisi berikut.

3.1
udara ambien
udara bebas di permukaan bumi pada lapisan troposfir yang dibutuhkan dan mempengaruhi kesehatan manusia, makhluk hidup dan unsur lingkungan hidup lainnya

3.2
µg/Nm^3
satuan ini dibaca sebagai mikrogram per normal meter kubik, notasi N menunjukan satuan volume hisap udara dikoreksi pada kondisi normal (25 °C, 760 mmHg)

3.3
midget impinger
botol tempat penjerap contoh uji yang dilengkapi dengan ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter dalam 1 mm

3.4
larutan induk
larutan standar konsentrasi tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar konsentrasi lebih rendah

3.5
larutan standar
larutan dengan konsentrasi yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

3.6
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan hasil pembacaan serapan dan merupakan suatu garis lurus

3.7
larutan penjerap
larutan yang dapat menjerap analit

3.8
pengendalian mutu
kegiatan yang bertujuan untuk memantau kesalahan analisis, baik berupa kesalahan metode, kesalahan manusia, kontaminasi, maupun kesalahan pengambilan contoh uji dan perjalanan ke laboratorium

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Gas sulfur dioksida (SO2) diserap dalam larutan penjerap tetrakloromerkurat membentuk senyawa kompleks diklorosulfonatomerkurat. Dengan menambahkan larutan pararosanilin dan formaldehida ke dalam senyawa diklorosulfonatomerkurat maka terbentuk senyawa pararosanilin metil sulfonat yang berwarna ungu. Konsentrasi larutan di ukur pada panjang gelombang 550 nm.

4.2 Bahan

4.2.1 Larutan penjerap tetrakloromerkurat (TCM) 0,04 M

a) larutkan 10,86 g merkuri (II) klorida ($HgCl_2$) dengan 800 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1.000 mL;
b) Tambahkan berturut-turut 5,96 g kalium klorida (KCl) dan 0,066 g EDTA $[(HOOCCH_2)_2N(CH_2)_2N(CH_2COONa)_2 \cdot 2H_2O]$, lalu aduk sampai homogen;
c) Pindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL, encerkan dengan air bebas mineral hingga tanda tera lalu homogenkan.

CATATAN 1 Larutan penjerap ini stabil sampai 6 bulan jika tidak terbentuk endapan.

CATATAN 2 Larutan penjerap dapat digunakan bila pH larutan berada di antara 3 sampai dengan 5.

4.2.2 Larutan induk natrium metabisulfit ($Na_2S_2O_5$)

a) larutkan 0,3 g $Na_2S_2O_5$ dengan air bebas mineral ke dalam gelas piala 100 mL;
b) pindahkan ke dalam labu ukur 500 mL, encerkan dengan air bebas mineral hingga tanda tera lalu homogenkan.

CATATAN 1 0,3 g $Na_2S_2O_5$ dapat diganti dengan 0,4 g Na_2SO_3.

CATATAN 2 Air bebas mineral yang digunakan telah dididihkan.

4.2.3 Larutan standar natrium metabisulfit ($Na_2S_2O_5$)

Masukkan 2 mL larutan induk sulfit ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan sampai tanda tera dengan larutan penjerap lalu homogenkan.

CATATAN Larutan ini stabil selama 1 bulan jika disimpan dalam suhu kamar.

4.2.4 Larutan induk iod (I_2) 0,1 N

a) masukkan dalam gelas piala berturut-turut 12,7 g iod dan 40,0 g kalium iodida (KI);
b) larutkan campuran tersebut dengan 25 mL air bebas mineral;

c) pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan dengan air bebas mineral lalu homogenkan.

4.2.5 Larutan iod 0,01 N

Larutkan 50 mL larutan induk iod 0,1 N ke dalam labu ukur 500 mL dengan air bebas mineral, encerkan sampai tanda tera lalu homogenkan.

4.2.6 Larutan indikator kanji

a) masukkan dalam gelas piala 250 mL berturut-turut 0,4 g kanji dan 0,002 g merkuri (II) iodida (HgI2);
b) larutkan secara hati-hati dengan air mendidih sampai volume larutan mencapai 200 mL;
c) panaskan larutan tersebut sampai larutan jernih, lalu dinginkan dan pindahkan ke dalam botol.

4.2.7 Larutan asam klorida (HCl) (1+10)

Encerkan 10 mL HCl pekat dengan 100 mL air bebas mineral di dalam gelas piala 250 mL.

4.2.8 Larutan induk natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) 0,1 N

a) larutkan 24,82 g $Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O$ dengan 200 mL air bebas mineral dingin yang telah dididihkan ke dalam gelas piala 250 mL dan tambahkan 0,1 g natrium karbonat (Na_2CO_3);
b) pindahkan ke dalam labu ukur 1.000 mL kemudian encerkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera dan homogenkan;
c) diamkan larutan ini selama 1 hari sebelum dilakukan standardisasi.

4.2.9 Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,01 N

a) pipet 50 mL larutan induk $Na_2S_2O_3$, masukkan ke dalam labu ukur 500 mL;
b) encerkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera, lalu homogenkan.

4.2.10 Larutan asam klorida (HCl) 1 M

a) masukkan 83 mL HCl 37 % ($\rho \approx 1,19$ g/mL) ke dalam labu ukur 1.000 mL yang berisi kurang lebih 300 mL air bebas mineral;
b) encerkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera, lalu homogenkan.

4.2.11 Larutan asam sulfamat (NH_2SO_3H) 0,6 %b/v

Larutkan 0,6 g asam sulfamat ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera, lalu homogenkan.

CATATAN Larutan ini dibuat segar.

4.2.12 Larutan asam fosfat (H_3PO_4) 3 M

Larutkan 205 mL H_3PO_4 85% ($\rho \approx 1,69$ g/mL) ke dalam labu ukur 1000 mL yang berisi kurang lebih 300 mL air bebas mineral, encerkan sampai tanda tera, lalu homogenkan.

CATATAN Larutan ini stabil selama 1 tahun.

4.2.13 Larutan induk pararosanilin hidroklorida ($C_{19}H_{17}N_3 \cdot HCl$) 0,2 %

Larutkan 0,2 g pararosanilin hidroklorida ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan larutan HCl 1 M sampai tanda tera, lalu homogenkan.

4.2.14 Penentuan kemurnian pararosanilin

a) pipet 1 mL larutan induk pararosanilin masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera, lalu homogenkan;
b) pipet 5 mL larutan hasil pengerjaan langkah 4.2.14 a) dan 5 mL larutan penyangga asetat ke dalam labu ukur 50 mL dan encerkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera, lalu homogenkan;
c) setelah 1 jam, ukur serapannya pada panjang gelombang 540 nm dengan spektrofotometer;
d) hitung kemurnian larutan induk pararosanilin dengan rumus sebagai berikut:

$$M = \frac{A \times 21,3}{W} \quad (1)$$

keterangan:

M adalah kemurnian pararosanilin (%);
A adalah serapan larutan pararosanilin;
W adalah berat pararosanilin yang digunakan untuk membuat 50 mL larutan induk pararosanilin (g);
21,3 adalah tetapan untuk mengubah serapan ke berat.

CATATAN Kadar kemurnian larutan induk pararosanilin, sekurang-kurangnya harus 95%.

4.2.15 Larutan kerja pararosanilin

a) masukkan 40 mL larutan induk pararosanilin ke dalam labu ukur 500 mL, (bila kemurnian larutan induk pararosanilin lebih kecil dari 100 % tambahkan setiap kekurangan 1 % dengan 0,4 mL larutan induk pararosanilin);
b) tambahkan 50 mL larutan asam fosfat 3 M;
c) tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas mineral lalu homogenkan.

CATATAN Larutan ini stabil selama 9 bulan.

4.2.16 Larutan formaldehida (HCHO) 0,2%v/v

Pipet 5 mL HCHO 36 % - 38 % (v/v) dan masukkan ke dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan dengan air bebas mineral hingga tanda tera lalu homogenkan.

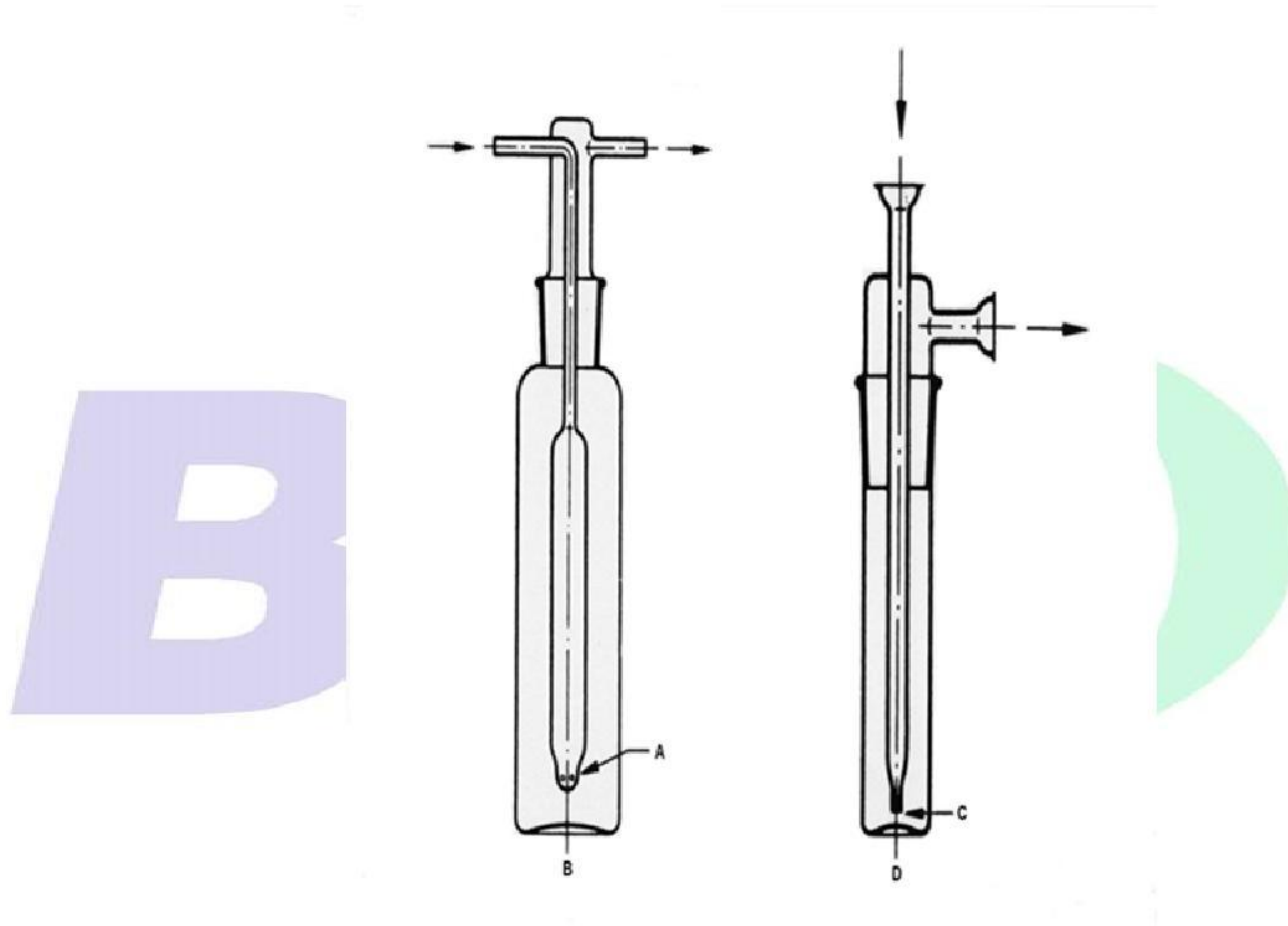
CATATAN Larutan ini disiapkan pada saat akan digunakan.

4.2.17 Larutan penyangga asetat 1 M (pH = 4,74)

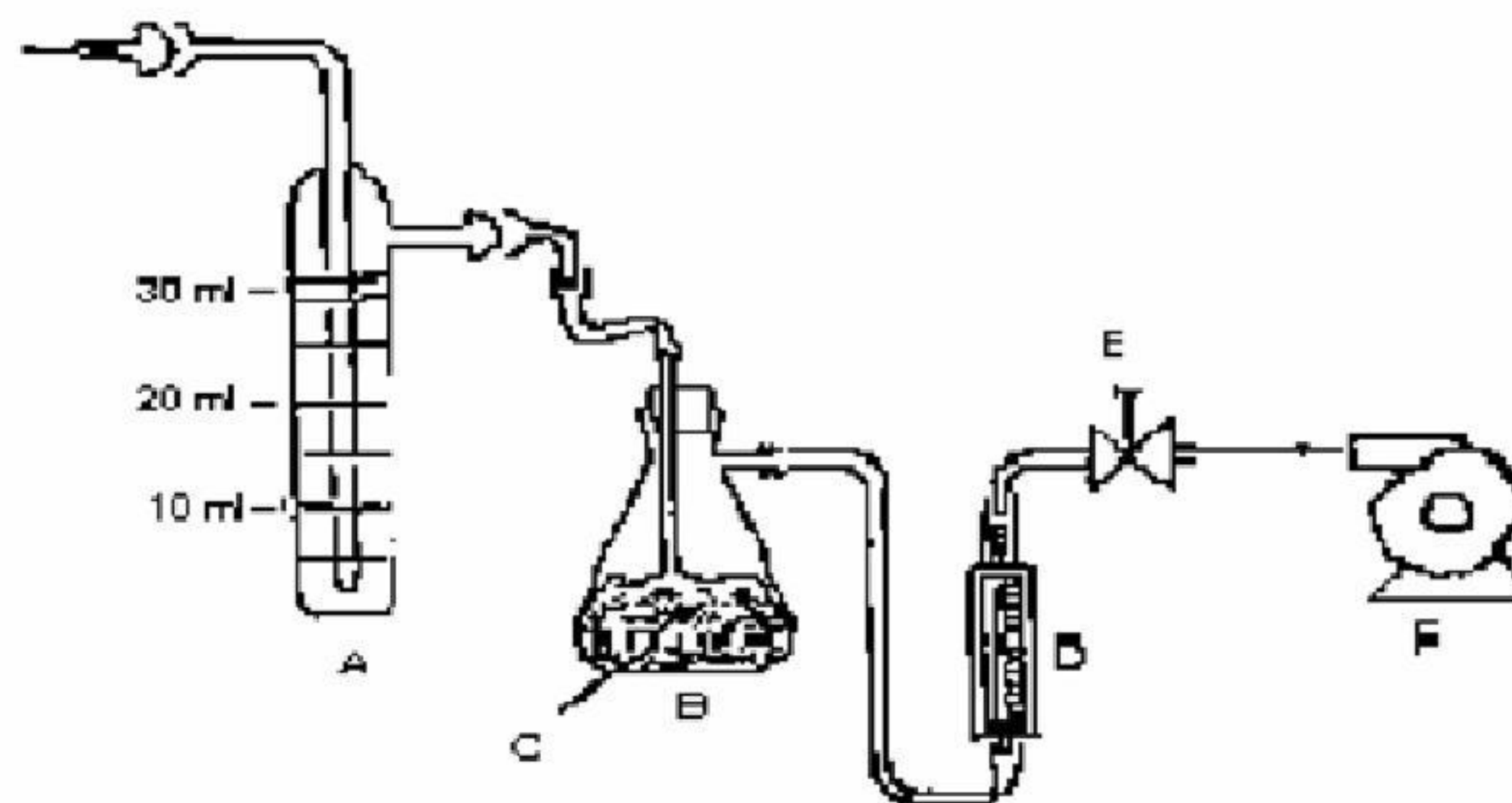
a) larutkan 13,61 g natrium asetat trihidrat ($NaC_2H_5O_2 \cdot 3H_2O$) ke dalam labu ukur 100 mL dengan 50 mL air bebas mineral;
b) tambahkan 5,7 mL asam asetat glasial (CH_3COOH), dan encerkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera, lalu homogenkan.

4.3 Peralatan

a) peralatan pengambilan contoh uji SO2 sesuai Gambar 2;
b) labu ukur 25 mL; 50 mL; 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1.000 mL;

c) pipet volumetrik;
d) gelas ukur 100 mL;
e) gelas piala 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1.000 mL;
f) spektrofotometer sinar tampak dilengkapi kuvet;
g) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1mg;
h) buret 50 mL;
i) labu erlenmeyer asah bertutup 250 mL;
j) oven;
k) kaca arloji;
l) termometer;
m) barometer;
n) pengaduk; dan
o) botol reagen.

Keterangan gambar:

A adalah ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter dalam 1 mm;
B adalah botol penjerap *midget impinger* dengan kapasitas volumee 50 mL;
C adalah ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter dalam 1 mm;
D adalah botol penjerap *midget impinger* dengan kapasitas volumee 30 mL.

Gambar 1 – Botol penjerap *midget impinger*

Keterangan gambar:

A adalah botol penjerap volumee 30 mL;
B adalah perangkap uap;
C adalah *desiccant*;
D adalah *flow meter* yang mampu mengukur laju alir 0,5 L/menit;
E adalah keran pengatur;
F adalah pompa.

Gambar 2 – Rangkaian peralatan pengambil contoh uji SO_2 selama 1 jam

4.4 Pengambilan contoh uji

a) susun peralatan pengambilan contoh uji seperti pada Gambar 2 dan tempatkan pada posisi dan lokasi pengukuran menurut metode penentuan lokasi pengambilan contoh uji pemantauan kualitas udara ambien sesuai SNI 7119.6;
b) masukkan larutan penjerap SO_2 sebanyak 10 mL ke masing-masing botol penjerap. Lindungi botol penjerap dari sinar matahari langsung dengan alumunium foil;
c) hidupkan pompa penghisap udara dan atur kecepatan alir 0,5 L/menit, setelah stabil catat laju alir awal dan pantau laju alir udara sekurang-kurangnya 15 menit sekali;
d) lakukan pengambilan contoh uji selama 1 jam dan catat temperatur serta tekanan udara;
e) setelah 1 jam matikan pompa penghisap;
f) diamkan selama 20 menit setelah pengambilan contoh uji untuk menghilangkan pengganggu.

CATATAN Contoh uji dapat stabil selama 24 jam, jika disimpan pada suhu 5 °C dan terhindar dari sinar matahari.

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Standardisasi larutan natrium tiosulfat 0,01 N

a) panaskan kalium iodat (KIO_3) pada suhu 180 ˚C selama 2 jam dan dinginkan dalam desikator;
b) larutkan 0,09 g kalium iodat (KIO_3) ke dalam labu ukur 250 mL dan tambahkan air bebas mineral sampai tanda tera, lalu homogenkan;
c) pipet 25 mL larutan kalium iodat ke dalam labu erlenmeyer asah 250 mL;
d) tambahkan 1 g KI dan 10 mL HCl (1+10) ke dalam labu erlenmeyer tersebut;
e) tutup labu erlemeyer dan tunggu 5 menit, titrasi larutan dalam erlenmeyer dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N sampai warna larutan kuning muda;
f) tambahkan 5 mL indikator kanji, dan lanjutkan titrasi sampai titik akhir (warna biru tepat hilang), catat volume larutan penitar yang diperlukan;
g) hitung normalitas larutan natrium tiosulfat tersebut dengan rumus sebagai berikut:

$$N = \frac{b \times 1000 \times V_1}{35,67 \times 250 \times V_2} \tag{2}$$

Keterangan:

N adalah konsentrasi larutan natrium tiosulfat dalam grek/L (N);
b adalah bobot KIO_3 dalam 250 mL air bebas mineral (g);
V_1 adalah volumee KIO_3 yang digunakan dalam titrasi (mL);
V_2 adalah volumee larutan natrium tio sulfat hasil titrasi (mL);
35,67 adalah bobot ekivalen KIO_3 (BM KIO_3/6);
250 adalah volumee larutan KIO_3 yang dibuat dalam labu ukur 250 mL;
1.000 adalah konversi liter (L) ke mL.

4.5.2 Penentuan konsentrasi SO_2 dalam larutan induk $Na_2S_2O_5$

a) pipet 25 mL larutan induk $Na_2S_2O_5$ pada langkah 4.2.2 ke dalam labu erlenmeyer asah kemudian pipet 50 mL larutan iod 0,01 N ke dalam labu dan simpan dalam ruang tertutup selama 5 menit;
b) titrasi larutan dalam erlenmeyer dengan larutan tiosulfat 0,01 N sampai warna larutan kuning muda;
c) tambahkan 5 mL indikator kanji, dan lanjutkan titrasi sampai titik akhir (warna biru tepat hilang), catat volume larutan penitar yang diperlukan (V_c);
d) pipet 25 mL air bebas mineral sebagai blanko ke dalam erlenmeyer asah dan lakukan langkah – langkah 4.5.2 butir a) sampai c) (V_b);
e) hitung konsentrasi SO_2 dalam larutan induk tersebut dengan rumus sebagai berikut:

$$C = \frac{(V_b - V_c) \times N \times 32,03 \times 1000}{V_a} \tag{3}$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi SO_2 dalam larutan induk $Na_2S_2O_5$ (µg/mL);
V_b adalah volume natrium tio sulfat hasil titrasi blanko (mL);
V_c adalah volume natrium tio sulfat hasil titrasi larutan induk $Na_2S_2O_5$ (mL);
N adalah normalitas larutan natrium tiosulfat 0,01 N (N);
V_a adalah volume larutan induk $Na_2S_2O_5$ yang dipipet ke dalam labu erlenmeyer (mL);
1.000 adalah konversi gram ke µg;
32,03 adalah berat ekivalen SO_2 (BM SO_2/2).

CATATAN Melalui rumus di atas dapat diketahui jumlah (µg) SO_2 tiap mL larutan induk $Na_2S_2O_5$, sedangkan jumlah (µg) SO_2 untuk tiap mL larutan standar dihitung dengan memperhatikan faktor pengenceran.

4.5.3 Pembuatan kurva kalibrasi

a) optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat;
b) buat deret larutan kerja dalam labu takar 25 mL dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran, dimana standar larutan kerja terendah mendekati LoQ (limit of Quantitaion);
c) tambahkan larutan penjerap sampai volume 10 mL;
d) tambahkan 1 mL larutan asam sulfamat 0,6 % dan tunggu sampai 10 menit;
e) tambahkan 2 mL larutan formaldehida 0,2 % dan 5 mL larutan pararosanilin, diamkan selama 30 menit;
f) tepatkan dengan air bebas mineral sampai volume 25 mL, lalu homogenkan;
g) ukur serapan masing-masing larutan standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm paling lama 30 menit setelah proses homogenisasi (butir f);
h) buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah SO_2 (µg).

4.6 Pengujian contoh uji

a) pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu takar 25 mL dan bilas *impinger* dengan 5 mL air bebas mineral;
b) diamkan selama 20 menit;
c) lakukan langkah-langkah pada 4.5.3 butir d) sampai g);
d) baca serapan contoh uji kemudian hitung konsentrasi dengan menggunakan kurva kalibrasi;
e) lakukan langkah 4.6.1 butir c) sampai d) untuk pengujian blanko dengan menggunakan 10 mL larutan penjerap.

4.7 Perhitungan

4.7.1 Volume contoh uji udara yang diambil

Volume contoh uji udara yang diambil dikoreksi pada kondisi normal (25 °C, 760 mmHg) dapat dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$V = \frac{\sum_{i=1}^{n} Q_i}{n} \times t \times \frac{P_a}{T_a} \times \frac{298}{760} \quad (4)$$

Keterangan:

V adalah volume udara yang diambil dikoreksi pada kondisi normal 25 °C,760 mmHg (Nm^3);
Q_i adalah pencatatan laju alir ke – i (Nm3/menit);
n adalah jumlah pencatatan laju alir;
t adalah durasi pengambilan contoh uji (menit)
P_a adalah tekanan barometer rata-rata selama pengambilan contoh uji (mmHg);
T_a adalah temperatur rata-rata selama pengambilan contoh uji dalam Kelvin (K);
298 adalah konversi temperatur pada kondisi normal (25 °C) ke dalam Kelvin (K);
760 adalah tekanan udara standar (mmHg).

CATATAN Jika menggunakan alat pengukur volume otomatis, catat volume dan konversikan ke volume pada keadaan standar.

4.7.2 Konsentrasi sulfur dioksida (SO_2) di udara ambien

Konsentrasi SO_2 dalam contoh uji untuk pengambilan contoh uji selama 1 jam dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$C = \frac{a}{V} \times 1.000 \quad (5)$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi SO^2 di udara (μg/Nm^3);
a adalah adalah jumlah SO^2 dari contoh uji dengan melihat kurva kalibrasi (μg);
V adalah volume udara pada kondisi normal (L);
1.000 adalah konversi liter (L) ke m^3.

CATATAN Jika menggunakan alat pengukur volume otomatis, catat volume dan konversikan ke volume pada keadaan standar.

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (p.a.).
b) Gunakan alat gelas yang terkalibrasi dan bebas kontaminasi.
c) Gunakanalat ukur laju alir (flow meter), termometer, barometer, dan alat spektrofotometer yang terkalibrasi.
d) Untuk menghindari terjadinya penguapan yang berlebihan dari larutan penjerap dalam botol penjerap, maka gunakan aluminium foil atau wadah pendingin sebagai pelindung terhadap matahari.
e) Pertahankan suhu larutan penjerap dibawah 25 °C selama pengangkutan ke laboratorium dan penyimpanan sebelum analisis, untuk menghindari kehilangan SO_2.
f) Hindari pengambilan contoh uji pada saat hujan.

5.2 Pengendalian mutu

Linieritas kurva kalibrasi

Koefisian korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.

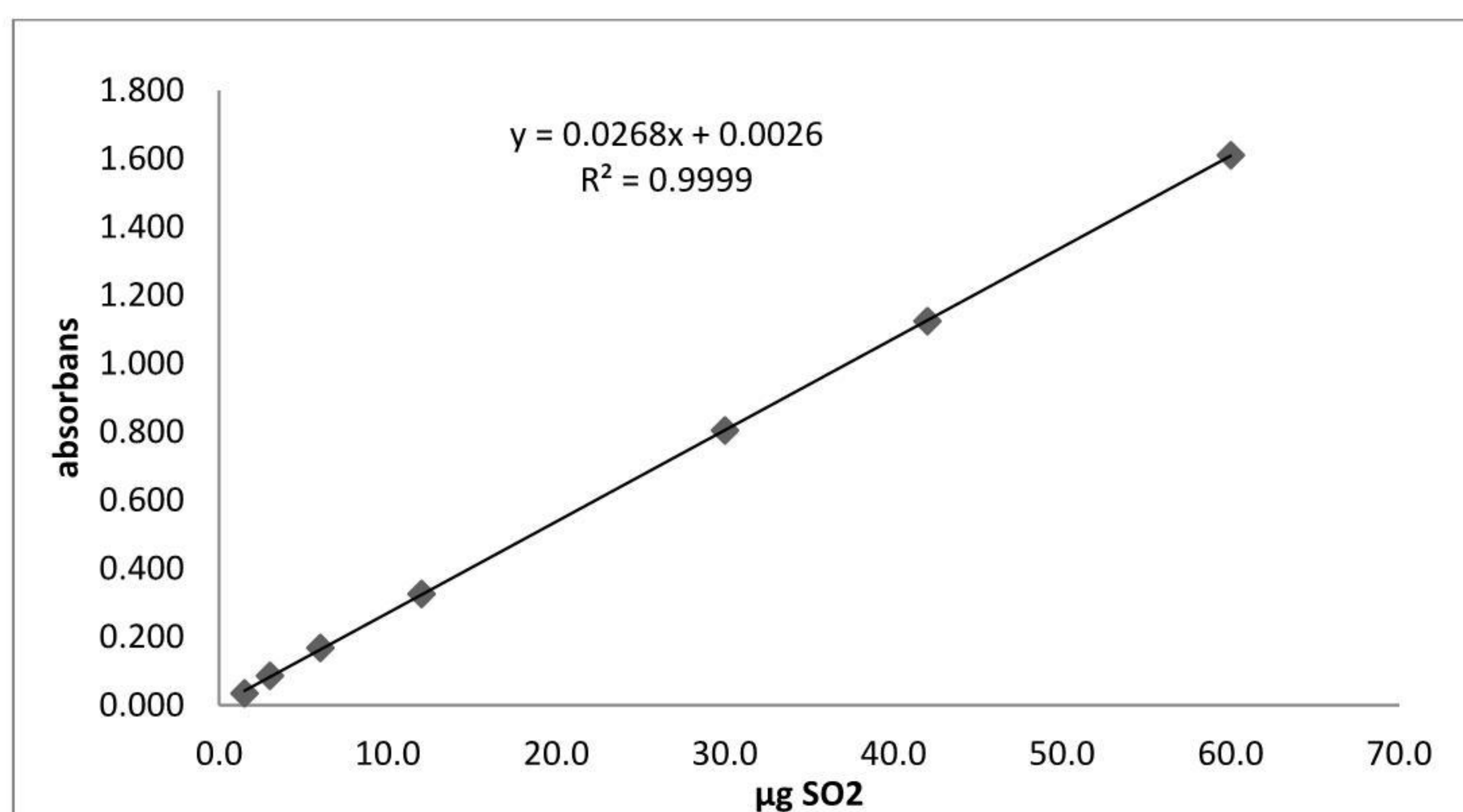
Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja:
1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama dan tanda tangan analis.
3) Tanggal analisis.
4) Batas deteksi.
5) Perhitungan.
6) Data pengambilan contoh uji.
7) Hasil pengukuran contoh uji.
8) Kadar SO_2 dalam contoh uji.

Lampiran B
(informatif)
Contoh perhitungan verifikasi metode pengujian SO_2 di udara ambien

B.1 Perhitungan LoD dan LoQ

Tabel B.1.1 – Kurva kalibrasi SO_2

Larutan Standar	Konsentrasi SO_2		Absorbans
	µg/Nm^3	µg SO2	
Std-1	25	1,5	0,035
Std-2	50	3,0	0,086
Std-3	100	6,0	0,168
Std-4	200	12,0	0,326
Std-5	500	30,0	0,804
Std-6	700	42,0	1,124
Std-7	1.000	60,0	1,61
Method Slope			0,0268
Intercept			0,0026
Correlation Determination (R)			1,0000
Correlation Coefficien (r)			1,0000
STEYX			0,0047
Batas keberterimaan			r ≥ 0,995
KESIMPULAN LINEARITAS			Diterima
LOD (larutan)			0,53
LOQ (larutan)			1,75
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan			

Gambar B.1.1 – Kurva kalibrasi SO_2

Tabel B.1.2 – Perhitungan LoD dan LoQ

SO_2 Ambien	Temp	P	Volume Udara		
	(°C)	mmHg	L	Nm^3	($\mu g/Nm^3$)
LOD	25	760	60	0,0600	9
LOQ	25	760	60	0,0600	29
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan					

Syarat keberterimaan:

a) *Intercept* ≤ MDL Estimasi
Intercept/*slope* = 0,0026/0,0268 = 0,098
MDL estimasi = 4/10 x LoQ = 4/10 x 1,5 = 0,6

b) Penentuan P-*value* (ANOVA)
P-*value*/significance F ≤ 0,05 pada tingkat kepercayaan 95 %

Tabel B.1.3 – Perhitungan *significance* F

	df	*SS*	*MS*	*F*	*Significance F*
Regression	1	2,180987644	2,180988	99330,62401	$6,10308 \times 10^{-12}$
Residual	5	0,000109784	$2,2 \times 10^{-5}$		
Total	6	2,181097429			

Tabel B.1.4 – Perhitungan P-*value*

	Coefficients	*Standard Error*	*t Stat*	*P-value*	*Lower 95 %*	*Upper 95 %*
Intercept	0,0026114	0,002578598	1,012704	0,35767106	-0,004017139	0,009239854
X Variable 1	0,0267619	$8,49134 \times 10^{-5}$	315,1676	$6,10308 \times 10^{-12}$	0,026543668	0,026980222

Significance F: $6,10308 \times 10^{-12} \leq 0,05$

c) Pengukuran larutan standar tengah
Syarat deviasi 5 % atau $\%R_{CCS}$ = 100 ± 5

Tabel B.1.5 – Pengukuran larutan standar tengah

Larutan Standar	Konsentrasi		Absorbansi	Konsentrasi Hitung (µg)	%Rccs
	(µg)	($\mu g/Nm^3$)			
Std-5	30	500	0,828	30,8419	102,8

d) Koefisien Determinasi (R^2) ≥ 0,990
R2 : 0,9999 ≥ 0,990

B.2 Pengujian *limit of linearity*

Tabel B.2.1 – Pengujian *limit of linearity*

µg SO_2	abs1	abs2	abs3	abs4	abs5	abs6	abs7	abs8	abs9	abs10	SD
1,5	0,213	0,197	0,208	0,211	0,211	0,203	0,216	0,217	0,215	0,214	**0,006**
60	1,741	1,732	1,724	1,726	1,747	1,721	1,75	1,738	1,715	1,715	**0,013**
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan											

$F_{hitung} = SD_1^2 / SD_2^2$, dimana $SD_1 > SD_2$
$F_{hitung} = 3,92$
F_{tabel} (0,01, 9, 9) = 5,35
$F_{hitung} < F_{tabel}$, diterima

B.3 Reprodusibilitas kadar rendah, tengah dan tinggi serta penentuan akurasi dan Presisi melalui Kurva Kalibrasi

Tabel B.3.1 – Penentuan reprodusibilitas pada larutan standar 100 µg/Nm^3

Pengulangan Pengujian standar	Abs	Kons (µg)	%R
std - 6 µg	0,174	6,40	106,7
std - 6 µg	0,173	6,37	106,1
std - 6 µg	0,156	5,73	95,5
std - 6 µg	0,157	5,77	96,1
std - 6 µg	0,166	6,11	101,8
std - 6 µg	0,157	5,77	96,1
std - 6 µg	0,175	6,44	107,4
Rerata		6,05	100,8
Standar Deviasi (SD)		0,32	
%RSD		5,23	
Nilai Horwitz		12,2	
Batas Keberterimaan			
0,5 x Nilai Horwitz		6,1	
RSD < 0,5 nilai Horwitz		5,23 < 6,1	
Horrat		0,4	
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan			

Tabel B.3.2 – Penentuan reprodusibilitas pada larutan standar 500 µg/Nm^3

Pengulangan Pengujian standar	Abs	Kons (µg)	%R
std - 30 µg	0,828	30,84	102,8
std - 30 µg	0,762	28,38	94,6
std - 30 µg	0,823	30,66	102,2
std - 30 µg	0,754	28,08	93,6
std - 30 µg	0,784	29,20	97,3
std - 30 µg	0,807	30,06	100,2
std - 30 µg	0,822	30,62	102,1
Rerata		29,76	99,2
Standar Deviasi (SD)	1,08		
%RSD	3,61		
Nilai Horwitz	9,6		
Batas Keberterimaan			
0,5 x Nilai Horwitz	4,8		
RSD < 0,5 nilai Horwitz	3,61 < 4,8		
Horrat	0,4		
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan			

Tabel B.3.3 – Penentuan reprodusibilitas pada larutan standar 700 µg/Nm^3

Pengulangan Pengujian standar	Abs	Kons (µg)	%R
std - 42 µg	1,098	40,93	97,5
std - 42 µg	1,111	41,42	98,6
std - 42 µg	1,116	41,60	99,1
std - 42 µg	1,075	40,07	95,4
std - 42 µg	1,135	42,31	100,7
std - 42 µg	1,096	40,86	97,3
std - 42 µg	1,106	41,23	98,2
Rerata		41,52	98,9
Standar Deviasi (SD)		1,10	
%RSD		2,66	
Nilai Horwitz		9,1	
Batas Keberterimaan			
0,5 x Nilai Horwitz		4,6	
RSD < 0,5 nilai Horwitz		2,66 < 4,6	
Horrat		0,3	
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan			

Bibliografi

[1] Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 41 tahun 1999 tentang *Pengendalian Pencemaran Udara*.

[2] Lodge, James. 1988, *Methods of air sampling and analysis, Third edition, APHA. Washington.*

[3] Anonim, 1994, *ISO Standard Compendium Environment Air Quality, First edition.*

[4] ASTM D2914-15, *Standard Test method for Sulphur Dioxide Content of the Atmosphere (West-Gaeke Method)*

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komtek perumus SNI
Komite Teknis 13-03 *Kualitas Lingkungan*

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua : Noer Adi Wardojo
Wakil Ketua Giri Darminto
Sekretaris : Diah Wati Agustayani
Anggota :
1. Anwar Hadi
2. Ardeniswan
3. Henggar Hardiani
4. Muhamad Farid Sidik
5. M.S. Belgientie TRO
6. Noor Rachmaniah
7. Oges Susetio
8. Sri Bimo Andy Putro
9. Sunardi
10. Oges Susetio

[3] Konseptor rancangan SNI
1. Puji Purwanti
2. Retno Puji Lestari
3. Ricky Nelson
4. Pusat Penelitian dan Pengembangan Kualitas dan Laboratorium Lingkungan - Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI
Pusat Standardisasi Lingkungan dan Kehutanan
Sekretariat Jenderal Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan
Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan